

(11)特許出願公開番号

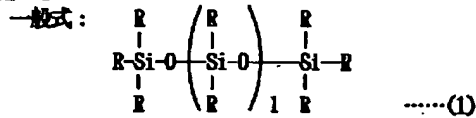
(43)公開日 平成7年(1995)10月24日

1

【特許請求の範囲】

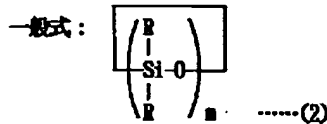
【請求項1】

【化1】



(式中、Rは同一または相異なる置換または非置換の1価の炭化水素基、1は0～5の整数を示す)で表される直鎖状ポリオルガノシロキサン、および

【化2】



(式中、Rは同一または相異なる置換または非置換の1価の炭化水素基、nは3～7の整数を示す)で表される環状ポリオルガノシロキサンから選ばれる少なくとも1種の低分子量ポリオルガノシロキサンから実質的な有機ケイ素系洗浄剤と、炭素数4～30の脂肪族炭化水素系洗浄剤との混合物からなる非水系基礎洗浄剤に、洗浄性能向上剤を添加した洗浄剤で、被洗浄物を洗浄する第1の洗浄工程と、前記第1の洗浄工程を経た前記被洗浄物を、前記非水系基礎洗浄剤単独で洗浄する第2の洗浄工程とを有することを特徴とする洗浄方法。

【請求項2】 炭素数4～30の脂肪族炭化水素系洗浄剤からなる非水系基礎洗浄剤に洗浄性能向上剤を添加した洗浄剤で、被洗浄物を洗浄する第1の洗浄工程と、前記第1の洗浄工程を経た前記被洗浄物を、前記非水系基礎洗浄剤単独で洗浄する第2の洗浄工程とを有することを特徴とする洗浄方法。

【請求項3】 請求項1または請求項2記載の洗浄方法において、前記脂肪族炭化水素系洗浄剤はイソパラフィン系洗浄剤であることを特徴とする洗浄方法。

【請求項4】 請求項3記載の洗浄方法において、前記イソパラフィン系洗浄剤は炭素数4～30の揮発性イソパラフィンから実質的なことを特徴とする洗浄方法。

【請求項5】 請求項1または請求項2記載の洗浄方法において、前記非水系基礎洗浄剤はその比重Ddgが、水の比重をWdg、油脂系汚れの比重をOdgとした場合に、Wdg>Ddg>Odgを満足することを特徴とする洗浄方法。

【請求項6】 請求項1または請求項2記載の洗浄方法において、前記洗浄性能向上剤は界面活性剤および/または親水性溶剤であることを特徴とする洗浄方法。

2

【請求項7】 請求項1または請求項2記載の洗浄方法において、

前記第1の洗浄工程は、脱脂洗浄工程であることを特徴とする洗浄方法。

【請求項8】 請求項1または請求項2記載の洗浄方法において、

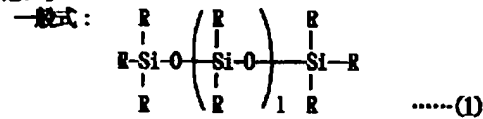
前記第1の洗浄工程は、水切り洗浄工程であることを特徴とする洗浄方法。

【請求項9】 請求項1または請求項2記載の洗浄方法において、

前記第2の洗浄工程を経た前記被洗浄物に対し、60℃以下の温風で乾燥処理を施すことを特徴とする洗浄方法。

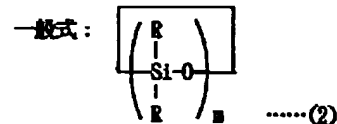
【請求項10】

【化3】



(式中、Rは同一または相異なる置換または非置換の1価の炭化水素基、1は0～5の整数を示す)で表される直鎖状ポリオルガノシロキサン、および

【化4】



(式中、Rは同一または相異なる置換または非置換の1価の炭化水素基、nは3～7の整数を示す)で表される環状ポリオルガノシロキサンから選ばれる少なくとも1種の低分子量ポリオルガノシロキサンから実質的な有機ケイ素系洗浄剤と、炭素数4～30の脂肪族炭化水素系洗浄剤との混合物からなる非水系基礎洗浄剤に、洗浄性能向上剤を添加した洗浄剤を用いた洗浄槽を有し、被洗浄物を前記洗浄槽で洗浄する第1の洗浄手段と、前記非水系基礎洗浄剤を単独で用いた洗浄槽を有し、前記第1の洗浄手段を経た前記被洗浄物を前記洗浄槽で洗浄する第2の洗浄手段とを具備することを特徴とする洗浄装置。

【請求項11】 炭素数4～30の脂肪族炭化水素系洗浄剤からなる非水系基礎洗浄剤に洗浄性能向上剤を添加した洗浄剤を用いた洗浄槽を有し、被洗浄物を前記洗浄槽で洗浄する第1の洗浄手段と、

前記非水系基礎洗浄剤を単独で用いた洗浄槽を有し、前記第1の洗浄手段を経た前記被洗浄物を前記洗浄槽で洗浄する第2の洗浄手段とを具備することを特徴とする洗浄装置。

【請求項12】 請求項10または請求項11記載の洗浄装置において、

前記第1の洗浄手段および前記第2の洗浄手段の少なく

とも一方から洗浄排液が導入され、この洗浄排液を蒸留して前記非水系基礎洗浄剤のみを分離回収する洗浄剤再生手段と、この分離回収された非水系基礎洗浄剤を、前記第1の洗浄手段および前記第2の洗浄手段の少なくとも一方に供給する手段とを、さらに具備することを特徴とする洗浄装置。

【請求項13】 請求項12記載の洗浄装置において、前記洗浄剤再生手段は、前記蒸留の前処理として濾過器を有することを特徴とする洗浄装置。

【請求項14】 請求項12記載の洗浄装置において、前記第2の洗浄手段は、被洗浄物の移送方向と逆方向に、前記非水系基礎洗浄剤が送られるように連結された複数の前記洗浄槽を有し、これら複数の洗浄槽のうち、最下流側の洗浄槽から前記洗浄排液が前記洗浄剤再生手段に送出され、かつ、前記分離回収された非水系基礎洗浄剤が最上流側の洗浄槽に再供給されるよう構成されていることを特徴とする洗浄装置。

【請求項15】 請求項14記載の洗浄装置において、前記第2の洗浄手段が有する前記複数の洗浄槽は、オーバーフロー機構およびドレン機構の少なくとも一方により、前記非水系基礎洗浄剤が送られるように連結されていることを特徴とする洗浄装置。

【請求項16】 請求項12記載の洗浄装置において、前記第1の洗浄手段は、被洗浄物の移送方向と逆方向に、前記洗浄剤が送られるように連結された複数の前記洗浄槽を有し、これら複数の洗浄槽のうち、最下流側の洗浄槽から前記洗浄排液が前記洗浄剤再生手段に送出されるよう構成されていることを特徴とする洗浄装置。

【請求項17】 請求項16記載の洗浄装置において、前記第1の洗浄手段が有する前記複数の洗浄槽のうち、最上流側の洗浄槽に新規の洗浄剤が供給されるよう構成されていることを特徴とする洗浄装置。

【請求項18】 請求項10または請求項11記載の洗浄装置において、前記非水系基礎洗浄剤はその比重 D_{dg} が、水の比重を W_{dg} 、油脂系汚れの比重を O_{dg} とした場合に、 $W_{dg} > D_{dg} > O_{dg}$ を満足し、

かつ、前記第1の洗浄手段および第2の洗浄手段は、前記洗浄剤中に混入した水および油脂系汚れをそれぞれ個別に除去する手段を、さらに具備することを特徴とする洗浄装置。

【請求項19】 請求項18記載の洗浄装置において、前記第1の洗浄手段および第2の洗浄手段は、前記洗浄剤の下方に沈降分離された水を除去する手段と、前記洗浄剤の上方に浮上分離された油脂系汚れを除去する手段とを具備することを特徴とする洗浄装置。

【請求項20】 請求項10または請求項11記載の洗

浄装置において、

前記第2の洗浄手段を経た前記被洗浄物に対し、60℃以下の温風で乾燥処理を施す乾燥手段を、さらに具備することを特徴とする洗浄装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、フロン113のようなフロン系溶剤、塩素系溶剤、低級アルコール類に代る非水系洗浄剤を用いた洗浄方法および洗浄装置に関する。

10 【0002】

【従来の技術】金属部品、メッキ部品、塗装部品、電子部品、半導体部品等の水洗後の乾燥方法としては、フロン113に代表されるフロン系溶剤を水切り洗浄剤として用いる方法が一般的である。また、上記したフロン系溶剤や、トリクロロエタン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、四塩化炭素等の有機溶剤は、油污れ等を除去するための洗浄剤としても幅広く使用されている。

【0003】しかし、最近、フロンの放出がオゾン層の破壊に繋がり、人体や生物系に深刻な影響を与えることが明らかとなってきたことから、オゾン破壊係数の高いフロン12やフロン113等は、世界的な規模で段階的に使用を削減し、将来的には全廃する方向に進んでいる。また、トリクロロエチレンやテトラクロロエチレン等の塩素系有機溶剤も、土壌や地下水等の汚染を引起こす等の環境問題にからんで、使用規制が強化される方向に進んでいる。このような状況下にあつて、現状のフロン系溶剤よりオゾン破壊係数の低いフロン系物質が開発されつつあり、既に工業的生産が一部で進められているが、これらともオゾン層の破壊が皆無ではないことから、好ましい代替洗浄剤とは目されていない。

【0004】そこで、上述したような有機溶剤系による脱脂洗浄剤の代替品として、環境破壊や環境汚染を引起こすことがない、界面活性剤や親水性溶剤等を用いた水系の洗浄剤が見直され始めている。しかし、このような洗浄剤では、浸透力が弱く、例えば部品細部へ侵入した汚れや中粘度から高粘度のこびりついた油污れに対しては充分な洗浄力を発揮することができないという問題がある。

40 【0005】また、有機溶剤系による水切り洗浄剤の代替品として、各種界面活性剤を用いた洗浄剤等が検討されているが、フロン系溶剤に匹敵するような水切り効果は得られていないのが現状である。また、上述した有機溶剤系洗浄剤を水切り洗浄剤として使用した場合、洗浄剤の比重が大きくなり、油脂はもちろんのこと水も洗浄剤の上に浮上してしまい、油と水とは互いに接触した形で洗浄剤から分離される。このように互いに接触している油と水については、これらを別々に取り出すことが困難であり、また油と水それぞれの廃棄方法が異なることから、廃液処理の面で問題が生じている。また、界面活

5

性剤等を用いた洗浄剤は、水との相溶性が高いために、これら洗浄剤を分離精製して、再使用することは非常に困難である。

【0006】一方、従来の洗浄剤を使用した洗浄装置においては、浸漬洗浄、気化洗浄、シャワー洗浄等の各種洗浄工程を一括する機構を採用し、洗浄効率を高めることも行われているが、あくまでも単一種類の洗浄剤を使用することが前提となっている。これは、複数の洗浄剤を一連の洗浄工程内で使用すると、洗浄剤の回収・再使用が困難となることによる。このことは、例えば単独では発揮し得ない洗浄効果を、複数の洗浄剤を用いることによって実現しようとした場合に大きな障害となる。

【0007】

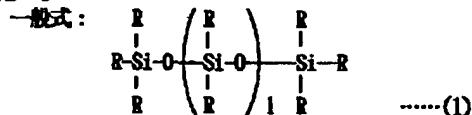
【発明が解決しようとする課題】上述したように、水切り洗浄剤を含む従来の洗浄剤のうち、フロン系溶剤等の有機溶剤系洗浄剤は、環境破壊を引き起こすという重大な欠点を有していた。また、これら有機溶剤系の代替品として検討されている現状の洗浄剤は、十分な効果が得られないという問題を有していた。一方、従来の洗浄方法や洗浄装置では、洗浄剤の再利用や、除去した水や汚れ物質の廃棄の点で難点があった。さらに、洗浄剤を効率よく再利用しようとする、異なる複数の洗浄剤を使用することが困難となるという難点を有していた。

【0008】本発明は、上述したような従来の洗浄方法および洗浄装置が抱えている課題に対処するためになされたものであり、フロン系溶剤等を使用した洗浄に匹敵する、洗浄性、水置換性、乾燥性等が得られる洗浄方法および洗浄装置を提供することを目的とするものである。また、本発明の他の目的は、複数の洗浄剤を使用するにあたって、洗浄剤の再利用を可能とした洗浄方法および洗浄装置を提供することにある。さらに、本発明の他の目的は、被洗浄物から除去した水や汚れ物質を効率よく廃棄することを可能にした洗浄方法および洗浄装置を提供することにある。

【0009】

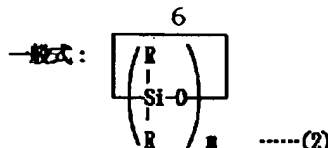
【課題を解決するための手段と作用】すなわち、本発明における第1の洗浄方法は、

【化5】



(式中、Rは同一または相異なる置換または非置換の1価の炭化水素基、lは0～5の整数を示す)で表される直鎖状ポリオルガノシロキサン、および

【化6】



(式中、Rは同一または相異なる置換または非置換の1価の炭化水素基、nは3～7の整数を示す)で表される環状ポリオルガノシロキサンから選ばれる少なくとも1種の低分子量ポリオルガノシロキサンから実質的な有機ケイ素系洗浄剤と、炭素数4～30の脂肪族炭化水素系洗浄剤との混合物からなる非水系基礎洗浄剤に、洗浄性能向上剤を添加した洗浄剤で、被洗浄物を洗浄する第1の洗浄工程と、前記第1の洗浄工程を経た前記被洗浄物を、前記非水系基礎洗浄剤単独で洗浄する第2の洗浄工程とを有することを特徴としている。

【0010】また、本発明における第2の洗浄方法は、炭素数4～30の脂肪族炭化水素系洗浄剤からなる非水系基礎洗浄剤に洗浄性能向上剤を添加した洗浄剤で、被洗浄物を洗浄する第1の洗浄工程と、前記第1の洗浄工程を経た前記被洗浄物を、前記非水系基礎洗浄剤単独で洗浄する第2の洗浄工程とを有することを特徴としている。

【0011】本発明における第1の洗浄装置は、上記した(1)式や(2)式で表される低分子量ポリオルガノシロキサンから実質的な有機ケイ素系洗浄剤と、炭素数4～30の脂肪族炭化水素系洗浄剤との混合物からなる非水系基礎洗浄剤に、洗浄性能向上剤を添加した洗浄剤を用いた洗浄槽を有し、被洗浄物を前記洗浄槽で洗浄する第1の洗浄手段と、前記非水系基礎洗浄剤を単独で用いた洗浄槽を有し、前記第1の洗浄手段を経た前記被洗浄物を前記洗浄槽で洗浄する第2の洗浄手段とを具備することを特徴としている。

【0012】また、本発明における第2の洗浄装置は、炭素数4～30の脂肪族炭化水素系洗浄剤からなる非水系基礎洗浄剤に洗浄性能向上剤を添加した洗浄剤を用いた洗浄槽を有し、被洗浄物を前記洗浄槽で洗浄する第1の洗浄手段と、前記非水系基礎洗浄剤を単独で用いた洗浄槽を有し、前記第1の洗浄手段を経た前記被洗浄物を前記洗浄槽で洗浄する第2の洗浄手段とを具備することを特徴としている。

【0013】本発明の第1の洗浄工程に使用される洗浄剤としては、例えば水分の分離を可能とするような水切り洗浄剤や、油脂汚れの除去に使用される脱脂洗浄剤等が例示される。ここで用いられる非水系基礎洗浄剤は、上述したように(1)式や(2)式で表される低分子量ポリオルガノシロキサンから実質的な有機ケイ素系洗浄剤と炭素数4～30の脂肪族炭化水素系洗浄剤との混合物、あるいは炭素数4～30の脂肪族炭化水素系洗浄剤である。洗浄性能向上剤としては、例えば上記非水系基礎洗浄剤に添加することによって、洗浄性能や水切り性能

を付与・向上させる界面活性剤や親水性溶剤等が例示される。また、本発明の第2の洗浄工程は、基本的には上記非水系基礎洗浄剤を用いたすすぎ洗浄工程となる。

【0014】上記低分子量ポリオルガノシロキサンは、これら単独でも、金属部品、電子部品、半導体部品、塗装部品等の各種被洗浄物の細部に対する優れた浸透力や揮発性を有し、かつ防錆性を付与すると共に、水との良好な置換性を示し、かつ60℃以下の温風での揮散、乾燥性を有するものである。なお、上記(1)式で表される直鎖状構造を有するポリジオルガノシロキサンと、上記(2)式で表される環状構造を有するポリジオルガノシロキサンとは、共用することも可能である。

【0015】上記(1)式および(2)式中のRは、置換または非置換の1価の炭化水素基であり、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等のアルキル基、フェニル基等の1価の非置換炭化水素基や、トリフルオロメチル基等の1価の置換炭化水素基等が例示されるが、系の安定性、揮発性の維持等からメチル基が最も好ましい。上記低分子量ポリオルガノシロキサンとしては、環状構造を有するものが好ましく、さらにオクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサンおよびこれらの混合物が好適である。

【0016】また、上記した低分子量ポリオルガノシロキサンは、分子構造を適当に選択することによって、その洗浄剤の比重Ddgを下記の(A)式もしくは(B)式を満足させることができる。

$$【0017】Wdg > Ddg \quad \cdots \cdots (A)$$

$$Wdg > Ddg > Odg \quad \cdots \cdots (B)$$

(式中、Ddgは非水系基礎洗浄剤の比重を、Wdgは水の比重を、Odgは対象とする油脂系汚れの比重を示す)例えば、(B)式を満足させることによって、水と油脂系汚れとを分離することが可能となり、洗浄剤の浄化および廃液処理が容易となる。

【0018】上記した脂肪族炭化水素系洗浄剤は、炭素数が4〜30の範囲の分枝状や直鎖状の脂肪族炭化水素(以下に、単に脂肪族炭化水素系洗浄剤と記す)からなり、例えば炭素数が4〜30のイソパラフィン系洗浄剤が挙げられる。このイソパラフィン系洗浄剤としては、揮発性イソパラフィンから実質的になるものが挙げられ、特にC₄〜C₁₅の留分を主体とするイソパラフィンが洗浄性能の点から好ましい。イソパラフィン系洗浄剤は、上記揮発性イソパラフィンの1種または2種以上の混合物として使用される。このような脂肪族炭化水素系洗浄剤は、揮発性を有すると共に、無害、無臭であり、上記した有機ケイ素系洗浄剤と同様な効果を示すものである。

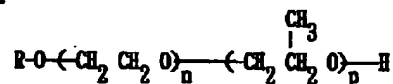
【0019】上記非水系基礎洗浄剤として掲げた脂肪族炭化水素系洗浄剤は、単独で使用してもよいし、また有機ケイ素系洗浄剤と混合して非水系基礎洗浄剤として用いることも可能である。例えば、有機ケイ素系洗浄剤に

イソパラフィン系洗浄剤等の脂肪族炭化水素系洗浄剤を配合すると、凝固点を大幅に低下させるという効果が得られ、寒冷地での使用を容易にすると共に、洗浄性能の向上も図れる。

【0020】上記したような非水系基礎洗浄剤に添加配合する洗浄性能向上剤としては、前述したように界面活性剤や親水性溶剤等が例示される。界面活性剤は活性を発揮する化学構造により、カチオン系、アニオン系、ノニオン系、両性系およびこれらの複合系に分類されるが、本発明においてはそれらのいずれをも使用することが可能である。これら界面活性剤は、特に洗浄性の向上に寄与するものである。これら界面活性剤のうち、本発明において好ましく用いられるものとしては、ポリオキシアルキレンアルキルエーテルスルホン酸塩、リン酸エステル等のアニオン系界面活性剤、多価アルコール脂肪酸エステル、ポリオキシアルキレン脂肪酸エステル、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル等のノニオン系界面活性剤、イミダゾリン誘導体等の両性界面活性剤、アルキルアミン塩、アルキル第4級アンモニウム塩等のカチオン系界面活性剤等が例示され、その他には単一物質で存在することは少ないが、天然物から抽出されるテルペン系化合物や高級脂肪酸エステル等が挙げられる。また、上述したような各種化合物の化学構造の一部をフッ素原子やケイ素原子で置き換えた合成化合物を用いることも可能である。

【0021】また、親水性溶剤としては、上記非水系基礎洗浄剤に対して相溶性を有するものが用いられ、特に引火点が40℃以上のものが実用上好適である。このような親水性溶剤としては、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノプロピルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールモノブチルエーテル等の多価アルコールとその誘導体等が例示され、非水系基礎洗浄剤との相溶性、人体への安全性等の点からジエチレングリコールモノブチルエーテルが特に好ましい。これら化合物は、低分子量ポリオルガノシロキサン等との共存下で揮発性が向上するために、この配合品のみでの水置換、乾燥も可能である。また、非水系基礎洗浄剤の種類や用途によっては、エチルアルコールのような低級アルコールやアセトン等を使用することも可能である。さらに、

【化7】



(式中、Rは炭素数1〜12の1価の炭化水素基を示し、nおよびpはそれぞれ0〜10の整数で、かつn+p≧1を満足する)で表されるポリオキシアルキレンアルキルエーテルは、非水系基礎洗浄剤としてイソパラフィン系洗

浄剤等の脂肪族炭化水素系洗浄剤を使用する際に好適である。

【0022】上述した非水系基礎洗浄剤および洗浄性能向上剤は、基本的には第1の洗浄工程では非水系基礎洗浄剤に洗浄性能向上剤を添加したものとして、また第2の洗浄工程では非水系基礎洗浄剤単独で使用するものとする。非水系基礎洗浄剤と洗浄性能向上剤とは、用途に応じて各種の組み合わせによって使用することが可能であり、例えば脱脂洗浄剤として使用する際には、非水系基礎洗浄剤に界面活性剤または親水性溶剤、あるいはこれら両者を配合したものが好適である。有機ケイ素系洗浄剤とイソパラフィン系洗浄剤等の脂肪族炭化水素系洗浄剤との混合物を非水系基礎洗浄剤として用い、これに上記したような洗浄性能向上剤を配合して用いることができる。また、水切り洗浄剤として使用する際には、非水系基礎洗浄剤単独で使用することも可能であるが、界面活性剤や親水性溶剤を添加したものが好ましい。特に親水性溶剤が好適である。なお、第1の洗浄工程における非水系基礎洗浄剤と、第2の洗浄工程における非水系基礎洗浄剤とは、必ずしも一致させる必要はなく、例えば第1の洗浄工程で有機ケイ素系洗浄剤を使用し、第2の洗浄工程で脂肪族炭化水素系洗浄剤を使用するようなことも可能である。

【0023】また、非水系基礎洗浄剤と洗浄性能向上剤とは、上述したような各種の組み合わせによって使用することが可能であるが、それぞれの溶解性を考慮して混合することが好ましい。例えば、溶解度因子（以下、SP値と称する）の差が4以下となるように組み合わせることが好ましい。また、SP値の差が大きい液体とおしを混合する際には、中間的なSP値を有する液体を混合媒体として配合してもよい。

【0024】上述した界面活性剤の配合比は、特に限定されるものではないが、脱脂洗浄剤として使用する際には、非水系基礎洗浄剤 100重量部に対して50重量部以下が好ましく、さらに好ましくは20重量部以下である。また、水切り洗浄剤として使用する際には、非水系基礎洗浄剤 100重量部に対して20重量部以下が好ましく、さらに好ましくは3重量部以下である。一方、親水性溶剤の配合比も特に限定されるものではないが、脱脂洗浄剤として使用する際には、非水系基礎洗浄剤 100重量部に対して50000重量部以下が好ましく、さらに好ましくは10000重量部以下である。また、水切り洗浄剤として使用する際には、非水系基礎洗浄剤 100重量部に対して100重量部以下が好ましく、さらに好ましくは50重量部以下である。本発明の洗浄方法においては、上述したような洗浄工程の後に、乾燥処理を施すことによって洗浄工程が終了する。この乾燥処理工程としては、60℃以下というような比較的低温での温風乾燥でも十分な効果が得られる。また、温風乾燥に代えて、イソプロピルアルコール（以下、IPAと記す）等の蒸気洗浄剤による蒸気乾

燥を行ってもよい。蒸気乾燥によれば、乾燥仕上げをより良好にすることができ、精密洗浄等に好適である。また、本発明の対象となる被洗浄物としては、金属、セラミックス、プラスチック等であり、さらに具体的には金属部品、表面処理部品、電子部品、半導体部品、電気部品、精密機械部品、光学部品、ガラス部品、セラミックス部品等である。

【0025】また、本発明の洗浄装置は、上述した非水系基礎洗浄剤に洗浄性能向上剤を添加した洗浄剤による第1の洗浄手段と、上記非水系基礎洗浄剤による第2の洗浄手段とを具備することを特徴としている。また、第2の洗浄手段の後には、温風乾燥等の乾燥手段が設けられる。そして、上記第1および第2の洗浄手段から回収した非水系基礎洗浄剤と洗浄性能向上剤との混合物から、非水系基礎洗浄剤のみを分離回収する手段を設けることにより、複数の洗浄剤を使用しているにも拘らず、洗浄剤を効率よく回収・再利用することが可能となる。また、分離回収された非水系基礎洗浄剤は、再供給手段によって第1の洗浄手段または第2の洗浄手段に再供給される。さらに、洗浄剤の下方に沈降分離された水分を除去する手段や洗浄剤の上方に浮上分離された油脂系汚れを除去する手段を設けることによって、被洗浄物から分離した水や油脂系汚れを効率よく、かつ個々に廃棄することができる。なお、上記洗浄手段としては、浸漬槽や吹付け槽等が例示され、また超音波、振動、機械的攪拌等を併用することが可能である。

【0026】

【実施例】以下、本発明を実施例によってより詳細に説明する。

【0027】図1は、本発明の一実施例の洗浄装置の構成を示す図である。同図に示す洗浄装置は、大別して洗浄・水置換工程Aと、清浄化・水切り工程Bと、洗浄剤再生機構Cとから構成されている。第1の工程となる洗浄・水置換工程Aには、沈降分離機能とオーバーフロー分離機能とを合せ持つ第1の洗浄槽1および第2の洗浄槽2と液切り槽3とが設けられている。

【0028】上記第1の洗浄槽1および第2の洗浄槽2は、沈降分離機能とオーバーフロー分離機能とを合せ持つものであるが、これは被洗浄物Xに付着しているものの種類によって選択すればよく、沈降分離機能単独、オーバーフロー分離機能単独でも被洗浄物によっては十分に機能する。また、第1の工程における洗浄槽は、洗浄時間や洗浄品質等によって、単槽や多槽連結槽から選択すればよく、多槽連結槽における槽数等も同様である。

【0029】この実施例においては、2槽の多槽連結槽を使用しており、第1の洗浄槽1および第2の洗浄槽2間は、ドレン配管2aとオーバーフロー管2bとにより連結されている。また、第1の洗浄槽1や第2の洗浄槽には、必要に応じて超音波、振動、機械的攪拌、洗浄剤加温、ブラッシング等が併用され、これらにより洗浄性

能がより向上される。

【0030】上記第1および第2の洗浄槽1、2には、前述した有機ケイ素系洗浄剤やイソパラフィン系洗浄剤等の脂肪族炭化水素系洗浄剤、およびこれらの混合物等からなる非水系基礎洗浄剤に、界面活性剤を添加した水切り洗浄剤D₁がそれぞれ収容されている。この界面活性剤を含む水切り洗浄剤D₁は、その比重が水より小さく、かつ油脂系汚れより大きく設定されている。したがって、被洗浄物Xにより持ち込まれた水Yは、第1および第2の洗浄槽1、2に収容された洗浄剤D₁の下方にそれぞれ沈降分離される。また、油脂系汚れZは、第1および第2の洗浄槽1、2に収容された洗浄剤D₁の上方にそれぞれ浮上分離される。

【0031】第2の洗浄槽2で沈降分離された水Yは、ドレン配管2aによって間欠的に第1の洗浄槽1側に排出される。また、第1の洗浄槽1で沈降分離された水Yは、ドレン配管4によって間欠的に後述する洗浄剤再生機構Cへと排出される。また、液切り槽3に設けられたドレン配管3aも、洗浄剤再生機構Cと接続されている。また、第1の洗浄槽1および第2の洗浄槽2で浮上分離された油脂系の汚れZは、順次オーバーフローし、第1の洗浄槽1に設けられたオーバーフロー管5から系外に排出される。

【0032】第1の洗浄槽1および第2の洗浄槽2に収容された水切り洗浄剤D₁は、循環用配管6aによって第1の洗浄槽1から抜き取られ、フィルタ6によって洗浄剤D₁中の固体物、水粒子、未溶解物質等が除去された後、第2の洗浄槽2内に還流される。このフィルタ6を介した循環によって、洗浄剤D₁は常時浄化されており、洗浄工程上での下流側となる洗浄槽2の洗浄剤D₁がより清浄な状態を維持することが可能とされている。

【0033】例えば、洗浄剤D₁中に水滴として混入している水分は、上記フィルタ6によって容易に分離除去される。上記フィルタ6は、洗浄・水切り対象の材料や内容によって種々選択されるが、例えば0.1~20μm程度のポアサイズを有するマイクロボラスなセラミックフィルタ、ガラスフィルタ、有機高分子系のフィルタ、さらにはこれらの複合系フィルタ等が好ましく使用される。

【0034】また、第2の工程となる清浄化・水切り工程Bには、第3の洗浄槽7とシャワーリンス槽8とが設けられている。シャワーリンス槽8の下方には、バッファタンク9が設けられており、このバッファタンク9および第3の洗浄槽7間は、ドレン配管9aとオーバーフロー管9bとにより連結されている。この第3の洗浄槽7にも、必要に応じて超音波、揺動、機械的攪拌、洗浄剤加温、ブラッシング等が併用される。

【0035】上記第3の洗浄槽7には、上記第1の工程Aで使用した非水系基礎洗浄剤のみの洗浄剤D₂が収容されている。なお、非水系基礎洗浄剤の具体的な種類

は、上記第1の工程Aで使用した非水系洗浄剤と同一とされている。この洗浄剤D₂は、その比重が水より小さく、かつ油脂系の汚れより大きく設定されている。したがって、第1の工程Aにおける洗浄槽と同様に、水Yは洗浄剤D₂の下方に沈降分離され、また油脂系の汚れZは洗浄剤D₂の上方に浮上分離される。第3の洗浄槽7で沈降分離された水Yは、ドレン配管10によって間欠的に洗浄剤再生機構Cへと排出される。また、第3の洗浄槽7で浮上分離された油脂系の汚れZは、オーバーフロー管11から系外に排出される。

【0036】また、第3の洗浄槽7内に収容された洗浄剤D₂は、常時フィルタ12を介して循環されており、このフィルタ12によって洗浄剤D₂中の固体物、水粒子、未溶解物質等が除去される。

【0037】次に、上記洗浄装置における洗浄剤の回収・再使用について説明する。

【0038】上述したように、第1、第2、第3の洗浄槽1、2、7および液切り槽3に設けられた各ドレン配管4、3a、10は洗浄剤再生機構Cに接続されている。各洗浄槽に収容された洗浄剤D₁またはD₂は、フィルタ6、12によって常時浄化されているが、洗浄剤の汚れがひどくなった際には、各ドレン配管4、10によって洗浄剤再生機構Cに送水ポンプ13によって送られて分溜精製される。また、液切り槽3に溜まった洗浄剤D₁も間欠的に洗浄剤再生機構Cに送られる。洗浄剤再生機構Cでは、まずろ過器14により液体と固体との分離が行われ、固体分は廃棄され、液体のみ蒸留器15へ送られる。この蒸留器15では洗浄剤中の各成分、水、油脂系汚れ等の沸点の差を利用して分離が行われる。また、蒸留器15にて残留した水分等はデカンタ16によりさらに分離される。なお、蒸留器15に導入する前に、予めコアレッサ等で水分の分離除去を行ってもよい。ここで、上記洗浄装置で使用している洗浄剤において、水切り洗浄剤D₁は、非水系基礎洗浄剤のみの洗浄剤D₂に界面活性剤を添加したものであるため、洗浄剤D₁および洗浄剤D₂それぞれから非水系基礎洗浄剤、すなわち洗浄剤D₂を分離抽出することができ、洗浄剤D₂が再生される。また、この再生された洗浄剤D₂以外の成分、すなわち界面活性剤や水分等は廃棄される。この再生された洗浄剤D₂は、配管17によりシャワーリンス槽8、第3の洗浄槽7、もしくは第2の洗浄槽2に洗浄剤D₁を供給する配合器18へと送られる。

【0039】シャワーリンス槽8では、上記再生洗浄剤D₂もしくは洗浄剤供給配管19から送られてきた新規な洗浄剤D₂によって、不純物を含まない洗浄剤D₂のみでシャワー洗浄が行われる。また、配合器18では、再生もしくは新規の洗浄剤D₂と、界面活性剤供給配管20から送られてきた新規な界面活性剤、もしくは界面活性剤が事前に濃厚に配合された洗浄剤とが混合され、新たに洗浄剤D₁が調合される。この洗浄剤D₁は、必

要に応じて第2の洗浄槽2に供給される。

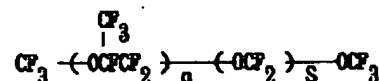
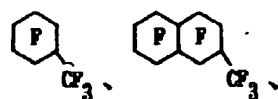
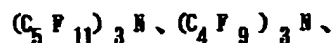
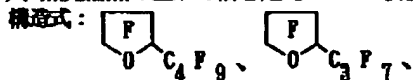
【0040】上記構成を有する洗浄装置における洗浄工程は例えば以下に示す通りである。被洗浄物Xに水分Yおよび油脂系汚れZが付着している場合、まず第1の工程Aの第1の洗浄槽1および第2の洗浄槽2に順に浸漬され、油脂系汚れZの除去と水分Yと水切り洗浄剤との置換が行われる。この後、液切り槽3上で被洗浄物X表面に付着している洗浄剤D₁が除去される。

【0041】次に、第2の工程Bへと送られて、第3の洗浄槽7で被洗浄物X表面に残存している界面活性剤が除去されると共に、水切りが行われた後、シャワーリンス槽8により不純物を含まない洗浄剤D₂のみでシャワー洗浄が行われて、表面の最終的な浄化と水切りが行われる。

【0042】この後、図示を省略した温風乾燥器により乾燥処理が施されて洗浄工程が終了する。また、この温風乾燥に代えて、IPA等による蒸気乾燥（洗浄）を行ってもよい。

【0043】ところで、本発明者らは、蒸気洗浄（乾燥）を行う場合、この系において次の点が特に有効であることに気づいた。すなわち、①蒸気洗浄剤と前工程から持ち込まれる液との相溶性、②蒸気洗浄剤の蒸発潜熱および蒸気洗浄剤と前工程から持ち込まれる液との蒸発潜熱の差、③沸点を考慮しなければならない点である。上記①については、分子どうしの水素結合や極性基の相互作用をさらに考慮しなければならない場合もあるが、しかしながら前工程から持ち込まれる液とのSP値の差が4以下の蒸気洗浄剤を用いることが特に有効な要因となることが分かった。これは、蒸気洗浄は被洗浄物表面で結露した蒸気洗浄剤中に、被洗浄物に付着している液体を溶かし、洗い流すことによって行われるためであり、蒸気洗浄剤と前工程から持ち込まれる液とのSP値の差が4を超えると、十分な置換性が得られなくなる。より好ましいSP値の差は3以下であり、さらに好ましくは2以下である。

【0044】また、②については、前工程から持ち込まれる液との蒸発潜熱の差が5倍以下の蒸気洗浄剤を用いることが好ましい。つまり、蒸発潜熱の差が5倍を超え*



(式中、qおよびsは任意の整数を示す)

*ると、蒸発速度が大きく異なることから、蒸発潜熱の大きい液体が被洗浄物上に残り、シミ等として残存する可能性が大きくなる。より好ましい蒸発潜熱の差は3倍以下であり、さらに好ましくは2倍以下である。なお、上記蒸発潜熱の差を満足する際には、蒸気洗浄剤の蒸発潜熱はより小さいことが好ましい。この蒸発潜熱の値自体としては、200cal/g以下が好ましく、より好ましくは100cal/g以下であり、さらに好ましくは50cal/g以下である。本発明の系においては、上記①および②を満足させることが特に重要である。

【0045】③については、蒸気洗浄剤の沸点は、蒸気洗浄時の被洗浄物表面の温度より高いことが必要ある。好ましい沸点の値としては、被洗浄物表面の温度より20℃以上高い値であり、より好ましくは被洗浄物表面の温度より30℃以上高い値であり、さらに好ましくは50℃以上高い値である。ただし、この沸点と被洗浄物表面の温度との差は、被洗浄物表面の温度によって制御することも可能である。すなわち、蒸気洗浄工程の前に被洗浄物表面の温度を低下させればよい。この③の条件を満足させることにより、より良好な状態が得られる。

【0046】ここで、本発明におけるすすぎ洗浄工程においては、有機ケイ素系洗浄剤やイソパラフィン系洗浄剤等の脂肪族炭化水素系洗浄剤が用いられる。有機ケイ素系洗浄剤は、SP値が約7、蒸発潜熱が約35cal/g程度である。イソパラフィン系洗浄剤は、SP値が約6~8、蒸発潜熱が約50~90cal/g程度である。これらの値を考慮すると、上述したIPA（SP値=11、蒸発潜熱=161cal/g、沸点=82℃）は、上記①~③の条件を全て満足している。

【0047】なお、上述した蒸気洗浄剤としては、基本的には上記①および②の条件を満足するものであればよく、より好ましくは③の条件をも満足するものである。このような条件を満足するものであれば、上記IPA以外にも使用することが可能であり、例えば

一般式： C_nF_{2n+2}

(式中、nは4~12の整数を示す)で表されるようなペルフルオロ化合物や、さらに

【化8】

15

等で表されるペルフルオロ化合物を用いることも可能である。これらペルフルオロ化合物は、SP値が5〜6程度、蒸発潜熱が20cal/g程度であり、また沸点は50℃〜200℃程度まで各種のものが有り、上記①〜③の条件を全て満足するものである。実際の洗浄にあたっては、50℃〜150℃程度の沸点を有するものが好ましい。なお、ペルフルオロ化合物は、ほとんどの有機溶剤と相溶性を示さないため、従来はパーティクルを除去するため以外の蒸気洗浄剤として使用することができなかったが、本発明においては、有機ケイ素系洗浄剤やイソパラフィン系洗浄剤等の脂肪族炭化水素系洗浄剤をすすぎ洗浄剤として使用しており、これらと相溶性を示す（SP値の差が4以下）ため、蒸気洗浄剤として使用することができる。

【0048】また、上述したIPAやペルフルオロ化合物等の蒸気洗浄剤は、それ単独で用いなければならないものではなく、例えばこれらの混合物として、あるいは前述した有機ケイ素系洗浄剤やイソパラフィン系洗浄剤等の脂肪族炭化水素系洗浄剤、さらにはアセトン等の他の有機溶剤を配合した組成物として用いることも可能である。なお、配合する有機溶剤として、フロン系溶剤や塩素系溶剤等を必ずしも排除するものでない。これは、もちろん環境汚染の点からいえば用いない方がよいが、その全廃の途中過程としては有用である。このように、混合物を蒸気洗浄剤として使用する際には、混合するもののどのSP値や蒸発潜熱を、上記①および②の条件を満足させることが好ましい。それぞれの数値は、上述した値と同様である。また、中間的なSP値や蒸発潜熱を有する有機溶剤を介在させることも有効である。

【0049】さらに、上記ペルフルオロ化合物に、前述した有機ケイ素系洗浄剤および／またはイソパラフィン系洗浄剤等の炭素数4〜30の脂肪族炭化水素系洗浄剤と、IPA、エタノール、メタノール、アセトン、ジオキサン等の有機溶剤とを配合した組成物は、一液にて脱脂洗浄から乾燥まで行うことが可能な、非常に有用な一液型洗浄組成物である。この一液型洗浄組成物の配合比としては、上記ペルフルオロ化合物100重量部に対して、有機ケイ素系洗浄剤および／または脂肪族炭化水素系洗浄剤を0.01〜1000重量部、他の有機溶剤を0.01〜1000重量部とすることが好ましい。これらのより好ましい配合比は、それぞれ0.1〜100重量部の範囲である。この一液型洗浄組成物は、脱脂洗浄力および水切り性を示し、かつ同一組成で蒸気洗浄も可能であるため、一液にて脱脂洗浄から乾燥まで行うことができる。

【0050】なお、上記洗浄装置では、水切り洗浄を対象として説明したが、使用する洗浄剤の種類を変更することによって、脱脂洗浄に使用することも可能である。

【0051】上記した洗浄装置によれば、約50〜60℃の温風乾燥により、約5分程度で乾燥が可能である。なお、従来法による湯洗後に温風乾燥を行う方法では、1

16

20℃〜150℃という高温にしても、15分程度の乾燥時間が必要である。そして温風乾燥後、ワークの温度が高くないため、そのまま次工程に送ることができる等、乾燥後のワーク冷却用スペースおよび冷却時間が不必要となり、大幅な生産性の向上が達成される。また、単に乾燥時間が短いだけでなく、一度に洗浄処理するロット内の水切り乾燥ムラもなくなり、品質も大幅に向上する。さらに、被洗浄物の洗浄ムラに起因するクラック発生による不良も皆無となり、品質水準を大幅に向上することができる。

【0052】また、上記構成の洗浄装置においては、洗浄剤として、その比重が水より小さくかつ油脂系汚れより大きいものを使用していることから、油脂層と水層の間に比重差により洗浄剤の層が入り、油脂層と水層とが直接接触することが避けられ、油脂と水とを完全に分離することが可能となり、それぞれに応じた廃棄処理を効率よく行うことが可能となる。なお、油水完全分離後、油と水をそれぞれ洗浄剤より除去するが、除去された油脂および水中に微量の洗浄剤が混入する可能性が残る。しかし、油脂中に混入した洗浄剤は、廃油焼却時に洗浄剤も容易に燃焼し、焼却することに問題は生じない。また、水中に混入した洗浄剤については、フィルタや蒸留器等により容易に水と分離するので問題とならない。

【0053】そして、上記構成を有する洗浄装置を用いることにより、洗浄剤を効率よく、かつ有効に使用することができると共に、複数の洗浄剤の使用も可能となる。これは、洗浄剤の使用量を大幅に削減することに繋がり、ランニングコストの大幅な低減に寄与する。また、IPA蒸気乾燥の前工程として、本発明の洗浄装置を用いることにより、再生IPA内に水分が混入することが防止され、またIPAと上記水切り洗浄剤との沸点の差が大きいことから、IPAのみの蒸気洗浄が可能となる。なお、水とIPAとは沸点が近いために、水分を除去することが困難であり、ウォーターマーク等の原因となっている。

【0054】次に、本発明の他の実施例について説明する。図2は、本発明の他の実施例の洗浄装置の構成を示す図である。同図に示す洗浄装置は、大別して洗浄工程Dと、すすぎ洗浄工程Eと、乾燥工程Fと、洗浄剤再生機構Gとから構成されている。第1の工程となる洗浄工程Dには、第1の洗浄槽21および第2の洗浄槽22と、液切り槽23とが設けられている。なお、洗浄工程Dにおける洗浄槽は、洗浄時間や洗浄品質等によって、単槽或多槽連結槽から選択すればよく、多槽連結槽における槽数等も同様である。また、第1の洗浄槽21や第2の洗浄槽22には、必要に応じて超音波、揺動、機械的撹拌、洗浄剤加温、ブラッシング等が併用され、これらにより洗浄性能がより向上される。

【0055】上記第1および第2の洗浄槽21、22には、前述した有機ケイ素系洗浄剤やイソパラフィン系洗

浄剤等の脂肪族炭化水素系洗浄剤、およびこれらの混合物等からなる非水系基礎洗浄剤に、親水性溶剤を添加した脱脂洗浄剤D₃がそれぞれ収容されている。この親水性溶剤を含む洗浄剤D₃は、親水性溶剤により付与された洗浄能力によって、被洗浄物Xにより持ち込まれた油脂系汚れを洗浄剤D₃中に溶解するものである。なお、第1の洗浄槽21だけでは、被洗浄物Xに付着した汚れの溶解除去が不十分な場合に、第2の洗浄槽22でさらに洗浄を行うようにしてもよい。

【0056】また、第1の洗浄槽21と第2の洗浄槽22に収容された洗浄剤D₃、および液切り槽23に持ち込まれた洗浄剤D₃は、それぞれの槽に接続されたドレン配管21a、22a、23aによって、洗浄剤再生機構Gに送られる。また、第1の洗浄槽21および第2の洗浄槽22には、それぞれフィルタ24、25が接続されており、洗浄剤D₃中の固体物、未溶解物質等が除去された後に、それぞれの槽内に還流される。上記フィルタ24、25は、洗浄対象の材料や内容によって種々選択されるが、例えば0.1〜20μm程度のポアサイズを有するマイクロポーラスなセラミックスフィルタ、ガラスフィルタ、有機高分子系のフィルタ、さらにはこれらの複合系フィルタ等が好ましく使用される。

【0057】また、第2の工程となるすすぎ洗浄工程Eには、第3の洗浄槽26とシャワーリンス槽27とが設けられている。第3の洗浄槽26には、上記第1の工程Dで使用した非水系基礎洗浄剤のみの洗浄剤D₄が収容されている。シャワーリンス槽27の下方には、バッファタンク28が設けられており、これらバッファタンク28および第3の洗浄槽26は、それぞれドレン配管28a、26aにより洗浄剤再生機構Gと接続されている。この第3の洗浄槽26にも、必要に応じて超音波、揺動、機械的攪拌、洗浄剤加温、ブラッシング等が併用される。第3の洗浄槽26内に収容された洗浄剤D₄は、常時フィルタ29を介して循環されており、このフィルタ29によって洗浄剤D₄中の固体物、未溶解物*

*質等が除去される。

【0058】さらに、第3の工程となる乾燥工程Fには、蒸気洗浄（乾燥）槽30が設けられている。この蒸気洗浄槽30内には、蒸気洗浄剤31例えば前述したIPAやペルフルオロ化合物、さらにはこれらの混合物等の液体が収容されており、これらがヒータ32によって加熱されて蒸気33となる。このような蒸気洗浄槽30においては、被洗浄物Xの表面で蒸気33が結露し、液化した蒸気洗浄剤31中に、すすぎ洗浄工程Eから持ち込まれた洗浄剤D₄が溶け込んで洗い流される。さらに、被洗浄物Xは、上部の冷却チラー34の近傍にて必要時間保持され、表面に残留付着した蒸気洗浄剤31を揮散させ、被洗浄物Xの乾燥が終了する。

【0059】なお、上記洗浄装置における洗浄剤の回収・再使用の機構については、前述した実施例と同様である。


【0060】次に、前述したような洗浄装置を用いた具体的な洗浄例およびその評価結果について説明する。

【0061】実施例1〜7

まず、脱脂洗浄の例について述べる。第1の洗浄工程における洗浄剤として、オクタメチルシクロテトラシロキサン（SP値=7）50重量部とジエチレングリコールモノブチルエーテル（SP値=8）50重量部との混合物、および揮発性イソパラフィン（SP値=7）50重量部とジエチレングリコールモノブチルエーテル50重量部との混合物を、また第2の洗浄工程におけるすすぎ洗浄剤として、オクタメチルシクロテトラシロキサンを用意した。また、蒸気洗浄剤としては、表2に示す各種のものをそれぞれ用意した。なお、表2に示した蒸気洗浄剤（比較例を含む）中の組成成分のSP値、蒸発潜熱および沸点は、以下の表1に示す通りである。実施例による蒸気洗浄剤は、オクタメチルシクロテトラシロキサンのSP値および蒸発潜熱を考慮して選択したものである。

【0062】

【表1】

	SP値	蒸発潜熱 (cal/g)	沸点 (℃)
C_8F_{18}	5	20	97
	6	20	102
IPA	11	161	82
オクタメチルシクロテトラシロキサン	7	36	175
ヘキサメチルジシロキサン	7	51	100
アセトン	10	62	56
エタノール	13	204	78

これらの洗浄剤を使用して、ロジン系フラックス・スパ ※（株）製：チップ混載基板用、SP値=約10）を用いたブークルフラックスPO-F-4600（商品名、千住金属工業 ※50 リント基板の洗浄を行った。洗浄条件は、第1の洗浄工

程では45℃、3分間超音波洗浄とし、すすぎ洗浄は2分間とした。そして、このようにして洗浄した後のプリント基板を各蒸気洗浄剤によって蒸気洗浄し、乾燥に要した時間を測定した。同様に50℃による温風乾燥についても、乾燥時間を測定した。また、乾燥後のプリント基板表面のイオン残渣量($\mu\text{g NaCl}/\text{inch}^2$)を、MIL-P-55110CおよびMIL-P-28809Aに準拠して、オメガメーター(日本アルファメタルズ(株)製)を用いて測定した。

さらに、フラックスの残渣を肉眼および顕微鏡下で観察し、長径0.05mm以上の汚れの有無を確認した。また、実用性能を総合的に判断し、極めて良好なものに◎、良好なものに○、やや甘いものに△、不良なものに×を付した。これらの結果を表2に各洗浄剤の組成比と併せて示す。

【0063】

【表2】






実施例	洗浄剤成分 (重量部)	リン系塩成 (重量部)	蒸気洗浄剤成分(重量部)					洗浄結果			
			IPA	その他 有機溶剤	オクタメチルシクロ テトラシロキサン	ヘキサメチル シロキサン	ペルフルオロ化合物	乾燥時間 (分)	イオン量 ($\mu\text{gNaCl}/\text{in}^2$)	外観 (目視観察)	実用性 (総合評価)
実施例1	オクタメチルシクロ テトラシロキサン 50	オクタメチルシクロ テトラシロキサン 100	100	—	—	—	—	45	7	良好	◎
2	ジエチレンジクロール モノブチルエーテル 50		0.5	—	1.5	—		19	6	良好	◎
3	揮発性イソパラフィン 50		—	7セトン	—	20	C ₈ F ₁₈	18	5	良好	◎
4	ジエチレンジクロール モノブチルエーテル 50		—	7セトン	—	30		17	8	良好	◎
5	50		—	—	—	—	C F	20	5	良好	◎
6	オクタメチルシクロ テトラシロキサン50 ジエチレンジクロール モノブチルエーテル50		—	—	—	—		19	4	良好	◎
7	—		(50℃環境下)					125	6	良好	○
比較例1	オクタメチルシクロ テトラシロキサン 50 ジエチレンジクロール モノブチルエーテル 50	IPA 100	—	—	—	—		58	18	乾燥シ 多数	×
2	イソール 100		—	—	—	—	—	20	45	良好	×

表2の結果から明らかなように、実施例1～7では十分な脱脂洗浄力が得られていると共に、蒸気洗浄(乾燥)においても極めて良好な結果が得られている。これは、すすぎ洗浄剤と蒸気洗浄剤のSP値の差を4～2としたためである。これに対して、SP値の差が5以上ある各比較例では、満足な洗浄力が得られないことが分かる。

*【0064】実施例8～11

次に、水切り洗浄の例について述べる。水切り洗浄剤として、オクタメチルシクロテトラシロキサン99.5重量部とポリオキシエチレンオレイルエーテル(SP値=8) 0.5重量部との混合物、および揮発性イソパラフィン(SP値=7) 99.0重量部とステアリン酸ナトリウム 1.0重量部と

の混合物を用意した。また、蒸気洗浄剤としては、表3に示す各種のものをそれぞれ用意した。

【0065】これらの洗浄剤を使用して、ミニチュアベアリング（ステンレス製）の水切り洗浄を行った。洗浄試験は、2個のミニチュアベアリングを水に浸漬した後、常温の水切り洗浄剤中に1分間浸漬（含む揺動）し、次いで蒸気洗浄を行うことにより実施した。この後、所定量の脱水エタノール中にベアリングを移し、残留水分を吸収させ、カールフィッシャー法により定量した。そして、水分除去率を以下の式から算出した。

【0066】水分除去率 = $(B - A) / B \times 100$

（式中、Aは上記カールフィッシャー法により定量した

値（g）、Bはブランク試験（水中への投入工程を除く）後の定量値（g）である）

また、乾燥後の外観を以下の基準により評価した。

【0067】×：目視で乾燥ジミが観察された場合。

【0068】○：目視で乾燥ジミが観察されなかった場合。

【0069】◎：さらに、走査型電子顕微鏡により50μ

■ 以上のシミが観察されなかった場合。

【0070】以上の測定結果を表3に示す。

【0071】

【表3】

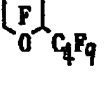
	材料組成 (重量%)	洗剤組成物(重量%)					評価		
		IPA	その他 有機溶剤	オクタフルオロ テトラシロキサン	ヘキサフル シロキサン	ペルフル シロ	洗浄力 % (比較)	乾燥性 % (比較)	実用性 (総合)
実施例8	オクタフルオロ テトラシロキサン	100	—	—	—	—	◎	99.8	◎
9	99.5 ジエチレングリコール モノメチルエーテル 0.5	0.5	—	2.0	—	C ₈ F ₁₈ 97.5	◎	99.3	◎
10	99.0 ステアリン酸 ナトリウム 1.0	—	7.5	2.0	—	 97.5	◎	99.1	◎
11		—	—	—	—	C ₈ F ₁₈ 100	◎	99.5	◎
比較例3	70/113/ 無水エタノール 100	—	—	70/113/ 無水エタノール 100	—	—	◎	99.1	◎

表3に示す測定結果から明らかなように、各実施例によれば特にすぎ洗浄を行わなくとも、十分な水切り性が得られている。

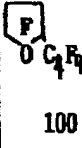
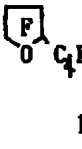
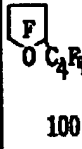
【0072】実施例12～14

次に、仕上げ洗浄（パーティクルの除去）の例について述べる。仕上げ洗浄剤として、オクタメチルシクロテトラシロキサンおよび揮発性イソパラフィンを用意した。また、蒸気洗浄剤としては表4に示す各種のものをそれぞれ用意した。これらの洗浄剤を使用して、CCDカバーガラスの仕上げ洗浄を行った。洗浄試験は、45℃の仕*

40* 上げ洗浄剤中でCCDカバーガラスを超音波洗浄した後、蒸気洗浄によって乾燥仕上げを行うことにより実施した。そして、乾燥後の外観評価および表面ダスト量の測定を行った。乾燥後の外観は、上記実施例8と同様にして評価した。また、表面のダスト量(0.5μm以上)は、レーザー法によるパーティクルチェッカ・WM-1000（東京光学機械（株）製）を用いて測定した。以上の測定結果を表4に示す。

【0073】

【表4】

	洗剤成分	洗剤成分(質量%)					洗剤濃度		
		IPA	その他 有機溶剤	ポリメチルシロ テトラロキサン	ポリメチルシロ キシロキサン	ペルフルオ ロ化合物	洗剤の 種類	洗剤ガスト量 /0.5in ²	実測値 (μg/枚)
実施例12	ポリメチルシロ テトラロキサン	100	—	—	—	—	◎	15	◎
13	100	—	7wt%0.1	3	—	☆1 96.9	◎	12	◎
14	脱脂イソパラフィン 100	—	—	—	—	 100	◎	13	◎
15	フロン113 100	—	フロン113 100	—	—	—	◎	20	◎
16	 100	—	—	—	—	 100	△ 脱脂 一級品	150	△

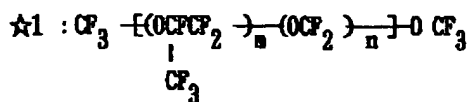


表4に示す測定結果から明らかなように、各実施例においては十分なパーティクルコントロールが成されていることが分かる。

【0074】実施例15～20

表5に示すように、揮発性イソパラフィンに各種の有機溶剤を添加して脱脂洗浄剤を調製した。また、すすぎ洗浄剤として揮発性イソパラフィンを用意した。これらの洗浄剤を用いて、実施例1と同様にしてフラックス付きプリント基板の洗浄を行い、50℃の温風乾燥による乾燥*

*評価を実施例1と同様に行った。また、銅板上にスピンドル油を塗布し、150℃の加熱炉で48時間の焼き付けを行って、試験片を作製した。この試験片に付着した油脂の洗浄（超音波洗浄）を、上記脱脂洗浄剤を用いて行い、その洗浄に要した時間を測定した。数値が小さいほど、洗浄力が高いことを示す。それらの結果を表5に示す。

【0075】

【表5】

実施例	有機溶剤	揮発性 イソパラフィン	ケロシン	その他 炭化水素	フロン 113/ エタン共沸系	乾燥時間 (秒)	イオン残渣 ($\mu\text{gNaCl}/\text{in}^2$)	外観 (白色残渣)	油脂洗浄時間 (秒)
15	エチルアルコール 2	98	—	—	—	40	11	◎	92
16	ジエチレングリコール モノプロピルエーテル 50	50	—	—	—	180	9	◎	60
17	d-リモネン 30 エチルアルコール 10	60	—	—	—	120	7	◎	45
18	n-ピネン 30 IPA 10	60	—	—	—	130	5	◎	40
19	—	—	100	—	—	820	40	×	150
20	ジエチレングリコール モノプロピルエーテル 30	—	—	n-デカン 70	—	630	15	×	162
比較例 6	—	—	—	イソプロピル ベンゼン100	—	>2,000	42	×	166
7	エチルアルコール 2	—	—	ジメチルベン ゼン 98	—	>2,000	14	○	135
8	—	—	—	—	100	20	11	◎	60

表5から明らかなように、イソパラフィンを主成分とする洗浄剤で洗浄した後、揮発性イソパラフィンによりリンスした場合（実施例15～18）には、温風により短時間で乾燥を行うことができた。また、イオン残渣も低く、白色残渣も見られなかった。さらに、油脂洗浄速度も速く、洗浄性能の点ではフロン113/エタン共沸系と同等以上の性能を示した。また、ケロシンやn-デカン等の直鎖状パラフィンを用いて、洗浄、リンスを行った場合（実施例19、20）には、温風による乾燥性はアルキ*50

*ルベンゼンを用いた例より良好であった。これに対し、イソプロピルベンゼン、ジメチルベンゼン等のアルキルベンゼンを用いて、洗浄、リンスを行った場合（比較例7、8）では、温風による乾燥性が悪く、あるいは30分での乾燥は不可であった。このため、イオン残渣も多く、洗浄しきれずに残留したフラックス成分（白色残渣）も多く見られた。

【0076】実施例21～22

揮発性イソパラフィンを仕上げ洗浄剤として用いて、実

施例12と同様にしてCCDカバーガラスの仕上げ洗浄を行い、実施例12と同様にして洗浄特性および乾燥特性を評価した。なお、乾燥は50℃の温風乾燥とした。そ*

*の結果を表6に示す。

【0077】

【表6】

	ゴミ除去工程に用いた溶剤	洗浄後の外観	残留ダスト量 (/0.5in ²)
実施例 21	揮発性イソパラフィン	◎	100
" 22	n-デカン	○	350
比較例 9	イソプロピルベンゼン	30分でも乾きせず ×	2,000
" 10	ジメチルベンゼン	×	2,600
" 11	フロン113/ エタノール系	◎	90

表6から明らかなように、揮発性イソパラフィンやn-デカンを用いた仕上げ洗浄では、洗浄後に乾燥ジミもなく、ダストに関してもフロン113と同等の洗浄性を示した。これに対し、各比較例では乾燥性が低いために、乾燥ジミが多く見られ、また乾燥中に付着したダスト量も非常に多くなっていた。

【0078】実施例23～28

表7に示す脱脂洗浄剤、すすぎ洗浄剤、蒸気洗浄剤をそ※

※れぞれ用いて、実施例1と同様にしてフラックス付きプリント基板の洗浄を行い、実施例1と同様にして洗浄特性および乾燥特性を評価した。なお、脱脂洗浄およびすすぎ洗浄の条件は、45℃、5分間超音波洗浄とした。その結果を表7に示す。

【0079】

【表7】

	洗浄工程 (組成、濃度)						リン系工程	乾燥工程	洗浄結果		
	初期性イソパラフィン	精製剤	クロシン	イソプロピルベンゼン	ブタジエン	フロン113/エタノール共沸系			乾燥時間 (秒)	イオン残渣 ($\mu\text{gNaCl}/\text{in}^2$)	肉眼 (白色残渣)
実施例 23	98	エタノール 2	-	-	-	-	乾燥イソパラフィン	C_8F_{18}	20	9	なし
" 24	98	エタノール 4	-	-	-	-	↑	C_6F_{14}	15	6	なし
" 25	70	ジエチレンジグリコールモノエーテル 30	-	-	-	-	↑	$\text{N}(\text{C}_4\text{F}_9)_3$	17	7	なし
" 26	30	ジエチレンジグリコールモノエーテル 70	-	-	-	-	↑	C_6F_9	15	8	なし
" 27	-	50	50	-	-	-	クロシン	IPA	60	21	なし
" 28	-	-	-	-	100	-	n-デカン	"	45	38	乾燥シミあり
比較例 12	-	70	-	30	-	-	イソプロピルベンゼン	IPA	82	15	乾燥シミあり
" 13	-	20	-	-	80	-	ブタジエン	"	98	31	乾燥シミあり
" 14	-	-	-	-	-	100	↑	↑	25	9	なし

表7から明らかなように、イソパラフィンを主成分とする洗浄剤と蒸気洗浄剤を用いて基板洗浄を行った結果、15秒～20秒で乾燥可能で、イオン残渣も少なく、残留フラックス (白色残渣) も見られなかった。そして、フロン113/エタノール共沸系と同等もしくはそれ以上の性能を示した。また、クロシンやn-デカンを主成分とする洗* 50

* 浄剤と蒸気洗浄剤を用いて基板洗浄を行った場合には、比較例より良好な乾燥特性や乾燥時間の短縮等の効果が得られた。

【0080】実施例29～32

表8に示す水切り洗浄剤および蒸気洗浄剤を用いて、実施例8と同様にしてミニチュアベアリングの水切り洗浄

を行い、実施例8と同様にして洗浄特性および乾燥特性 * 【0081】
 を評価した。なお、水切り洗浄は、45℃での浸漬揺動を 【表8】
 1分間行った。その結果を表8に示す。 *

		洗浄工程 (洗浄剤組成、重量部)							評価結果	
		揮発性イソパラフィン	オレフィン系エーテル	オキシエチレン ポリフェニルエーテル	イソプロピル ベンゼン	ジメチル ベンゼン	n- デカン	フロン113/ 界面活性剤	外観	水分除去率 %
実施例 29		99.5	0.5	—	—	—	—	—	◎	99.3
" 30		99.5	—	0.5	—	—	—	—	◎	99.4
" 31		99.0	—	1.0	—	—	—	—	◎	99.6
" 32		—	—	0.5	—	—	99.5	—	×	96
比較例 15		—	0.5	—	99.5	—	—	—	×	91
" 16		—	1.0	—	—	99.0	—	—	×	89
" 17		—	—	—	—	—	—	100	◎	98.2

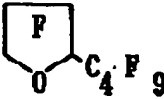
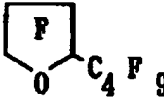
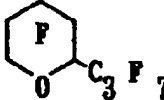
表8から明らかなように、揮発性イソパラフィンを主成分とする水切り洗浄剤を用いた水切りでは、蒸気乾燥後の外観に問題はなく、水分除去率もフロン113/界面活性剤系と同等以上の値を示した。また、n-デカンを主成分とする水切り洗浄剤を用いた場合には、比較例より良好な水分除去率が得られた。これに対して、アルキルベンゼンを用いた場合には、十分に水分を除去することができず、このため、水分残留、乾燥ジミが多く見られた。※50

※【0082】実施例33～36

表9に示す仕上げ洗浄剤および蒸気洗浄剤を用いて、実施例12と同様にしてCCDカバーガラスの仕上げ洗浄を行い、実施例12と同様にして洗浄特性および乾燥特性を評価した。その結果を表9に示す。

【0083】

【表9】

	洗剤	被洗物	外観	洗剤量 /ln ²
実施例 33	無機性シリコン		◎	15
" 34	無機性シリコン	$[\text{CF}_3 - \underset{\text{CF}_3}{\underset{ }{\text{C}}}(\text{OCFCF}_2)_m(\text{OCF}_2)_n]\text{OCF}_3$	◎	18
" 35	ケトン		○	220
" 36	エステル		○	180
比較例 18	イソプロピルベンゼン	$[\text{CF}_3 - \underset{\text{CF}}{\underset{ }{\text{C}}}(\text{OCFCF}_2)_m(\text{OCF}_2)_n]\text{OCF}_3$	○	340
" 19	ジメチルベンゼン	C_6F_{14}	○	250
" 20	フロン113 (エタノール系)	←	◎	32

実施例 37

第1の洗浄工程における洗浄剤として、ヘキサメチルジシロキサン (SP値=7) 50重量部とエタノール (SP値=13) 50重量部との混合物を、また第2の洗浄工程におけるすすぎ洗浄剤として、オクタメチルシクロテトラシロキサンを用意した。また、蒸気洗浄剤としては、 C_8F_{18} を用意した。これらを用いて、実施例1と同様にして洗浄特性および乾燥特性を評価したところ、実施例1と同様な良好な結果が得られた。

【0084】この実施例における洗浄剤、すなわちヘキサメチルジシロキサンとエタノールとは、SP値が 5以上* 50

40*であるが、極性基の相互作用によって相溶性を示すために、上記したような結果が得られたものである。

【0085】実施例 38

ペルフルオロ化合物として C_6F_{14} 100重量部に、有機ケイ素系洗浄剤としてヘキサメチルジシロキサンを25重量部、および有機溶剤としてアセトンを 3重量部配合し、一液型洗浄剤を調製した。一方、銅板にシリコン系プレス油VF33 (商品名、東芝シリコン (株) 製) を塗布し、100℃で焼き付けたものを試料片として用意した。そして、この試料片を上記一液型洗浄剤を用いて洗浄した。洗浄条件は、40℃、3分間超音波洗浄とし、こ

の後、同一洗浄剤で蒸気洗浄を施した。

【0086】このようにして洗浄した鋼板表面をATIRで分析したところ、シリコンに相当するピークは出現せず、シリコン残渣は存在しないことを確認した。

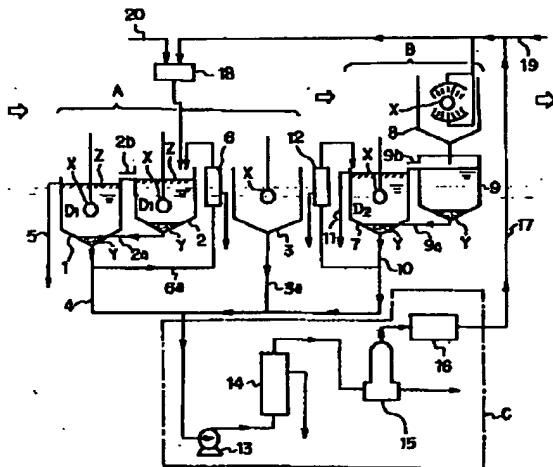
【0087】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の洗浄方法によれば、従来から使用されているフロン系に匹敵する脱脂洗浄性や水置換性、さらには乾燥性が得られると共に、環境破壊や環境汚染の心配がないことから、各種の問題を抱えるフロン系溶剤等を用いた洗浄方法の代替洗浄法として有用である。また、複数の洗浄剤を使用しても洗浄剤の再利用が可能となると共に、被洗浄物から除去した水や汚れ物質を効率よく廃棄することが可能となるため、洗浄の省資源化等にも大きく寄与する。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の一実施例の洗浄装置の構成を模式的に示す図である。

【図1】



【図2】 本発明の他の実施例の洗浄装置の構成を模式的に示す図である。

【符号の説明】

- A……洗浄・水置換工程
- B……清浄化・水切り工程
- C、G……洗浄剤再生機構
- D……洗浄工程
- E……すすぎ洗浄工程
- F……乾燥工程

10 1、2、7、21、22、26……洗浄槽

8、27……シャワーリンス槽

30……蒸気洗浄（乾燥）槽

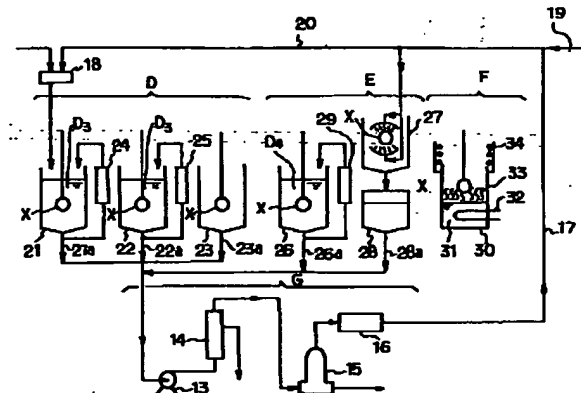
31……蒸気洗浄剤

D₁ ……水切り洗浄剤

D₂、D₄ ……非水系基礎洗浄剤のみの洗浄剤

D₃ ……脱脂洗浄剤

【図2】



フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 23 G 1/36

5/032

5/04

H 01 L 21/304

3 4 1 L

(72)発明者 斎藤 信宏

群馬県太田市島山908-10

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.